

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-058316

(43)Date of publication of application : 13.03.1991

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

(21)Application number : 01-193475

(71)Applicant : SONY CORP

(22)Date of filing : 26.07.1989

(72)Inventor : MASUYA HARUKO  
IWASAKI HIROSHI  
HAYASHI KAZUHIKO

## (54) PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To enhance coercive force in perpendicular direction by forming a Co-Pt-B-O magnetic layer having specified crystalline form, size, orientation and configuration of grains on a nonmagnetic supporting body.

CONSTITUTION: Co-Pt-B-O needle-grains are oriented so that <111> direction of the crystal is perpendicular to the plane of the nonmagnetic supporting body. This direction is the same as not only that of the axis of easy magnetization in a crystal of face-centered cubic structure but that of the major axis of the needle-grain. Therefore, this orientation is ideal for perpendicular magnetic recording from the viewpoint of magnetic anisotropy in crystal structure and shape. The needle-grain has 50 - 100 $\mu$ m diameter and the grains are located with each 8 - 12 $\mu$ m interval. Thereby, each magnetic domain is made fine, by which demagnetization can be suppressed and coercive force can be largely enhanced.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)3月13日

G 11 B 5/66

7177-5D

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 垂直磁気記録媒体

⑯ 特 願 平1-193475

⑰ 出 願 平1(1989)7月26日

⑱ 発 明 者 梶 屋 春 子 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内  
 ⑲ 発 明 者 岩 崎 洋 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内  
 ⑳ 発 明 者 林 和 彦 東京都品川区北品川6丁目7番35号 ソニー株式会社内  
 ㉑ 出 願 人 ソニー株式会社 東京都品川区北品川6丁目7番35号  
 ㉒ 代 理 人 弁理士 小 池 晃 外2名

## 明細書

## 記録媒体に関する。

## 1. 発明の名称

垂直磁気記録媒体

## 2. 特許請求の範囲

非磁性支持体上にC o - P t - B - O系磁性層が形成されてなり、

上記C o - P t - B - O系磁性層が面心立方構造を有する直径50~100 Åの針状晶から構成され、各針状晶が<111>方向を非磁性支持体面に垂直に向けて配向されると共に、隣接する針状晶間に8~12Åの間隙を介して配列されていることを特徴とする垂直磁気記録媒体。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は記録層の層厚方向の磁化によって情報が記録がなされる垂直磁気記録媒体に関し、特にC o - P t - B - O系磁性層を使用した垂直磁気

## (発明の概要)

本発明は、非磁性支持体上にC o - P t - B - O系磁性層を形成し、しかも該C o - P t - B - O系磁性層を構成する結晶の形状、大きさ、配向状態および配列状態を最適に制御することにより、保磁力の大幅な向上を図るものである。

## (従来の技術)

近年の情報記録の分野においては、高記録密度化、高記録容量化への要求に応えるべく、垂直磁気記録に関する研究が各所で進められている。垂直磁気記録は、記録波長が磁性層の層厚と同等以下の短波長となっても異極が近接することにより減磁が抑制されて静磁気学的な安定化が達成されること、急峻な磁化転移領域が形成されるために再生ヘッドの誘導起電力を大きくできること等の長所を有しており、本質的に高密度記録に適した方式と言える。

(課題を解決するための手段)

この垂直磁気記録を実現するための磁性層としては、これまでにCo-Cr合金、Co-Mo合金、Co-V合金、Co-Ru合金等からなるものが知られている。これらの中でも、高周波スパッタリングにより成膜されたCo-Cr合金磁性層は、最も垂直磁気特性に優れた材料として知られている。

(発明が解決しようとする課題)

しかし、Co-Cr合金磁性層には、そのままでは磁気ヘッドとの隣接に際して耐久性が不足するので保護潤滑層を要すること、しかもスペーシングロス小さくするために上記保護潤滑層の膜厚を極めて薄く形成する必要があるが、これが困難であること、飽和磁束密度が比較的低いこと、成膜時の基板温度を高くしないと高保磁力が得られないこと等の問題点がある。

そこで本発明は、主として保磁力の改善された垂直磁気記録媒体の提供を目的とする。

Pt-B-O系磁性層は、典型的には次の組成式  
 $(Co_aPt_bB_c)_{100-x}O_x$

(ただし、式中a, b, cは組成を原子%で表し、 $40 \leq a \leq 80$ ,  $15 \leq b \leq 50$ ,  $5 \leq c \leq 10$ ,  $a + b + c = 100$ なる条件を満たす。また、xは組成を重量%で表し、 $0 < x \leq 15$ なる条件を満たす。)で表される垂直磁性材料からなるものである。上記組成範囲は、垂直磁気特性を最適化する観点から設定されたものであり、いずれかひとつの条件が満足されなくても好適な垂直磁気特性は得られない。

本発明者らは、良好な垂直磁気特性を示すCo-Pt-B-O系磁性層の微細構造を透過型電子顕微鏡観察および制限視野電子線回折により調べた結果、磁性層が連続的な多結晶構造を呈する場合には良好な垂直磁気特性が現れず、面心立方構造を有する個々の針状晶が一定の隙間を介してその長軸方向、すなわち<111>方向を膜面に垂直に向けて配向している場合に良好な垂直磁気特性が現れることを見出した。

本発明者らは上述の目的を達成するために鋭意検討を行った結果、Co, Pt, B, Oの4元素からなる磁性層が極めて良好な垂直磁気特性を有することを見出した。さらに、この磁性層の磁気特性は、磁性層を構成する結晶の形状、大きさ、配向状態、配列状態等の微細構造に関連していることが明らかとなり、これらを最適に制御することにより常に安定した特性を有する垂直磁気記録媒体が提供されることも見出した。

本発明にかかる垂直磁気記録媒体はかかる知見にもとづいて提案されるものであり、非磁性支持体上にCo-Pt-B-O系磁性層が形成され、上記Co-Pt-B-O系磁性層が面心立方構造を有する直径50~100 Åの針状晶から構成され、各針状晶が<111>方向を非磁性支持体面に垂直に向けて配向されると共に、隣接する針状晶間に8~12Åの間隙を介して配列されていることを特徴とするものである。

本発明の垂直磁気記録媒体を構成するCo-

ここで、上記<111>方向の配向の強さは、制限視野電子線回折において(111)面回折線の広がり角度θの値により判定した。値が小さいほど、配向は強いと言える。

ところで上記の配向の強さは、Co-Pt-B-O系磁性層の形成に先立って予め非磁性支持体上に下地膜を形成しておくことによっても制御することができる。配向性を高める観点からは、下地膜として格子定数がCo-Pt系合金に近く、面心立方構造をとる材料が選ばれ、たとえばPtは実用上好ましい例である。格子定数が近くてもCo等のように六方晶構造をとりやすいものは不適当である。

上記Co-Pt-B-O系磁性層は、一般にスパッタリングにより形成することができる。スパッタリングに用いるターゲットとしては、始めから所望の組成に調製されたCo-Pt-Bターゲットか、ある金属成分の属型チップを他の成分からなるターゲットの上に載置した複合ターゲットが使用される。本発明では、たとえばCo-Bタ

ターゲットの上にPtチップを設置した複合ターゲットが使用される。いまひとつの磁性層の構成成分である酸素は、スパッタリング雰囲気中に所定の分圧をもって気体状で供給され、この時の分圧に応じて決まる分量にて磁性層中に取り込まれる。

#### (作用)

本発明では、非磁性支持体上に形成されたCo-Pt-B-O系磁性層の内部において、Co-Pt-B-O系の針状晶がその<111>方向を上記非磁性支持体の面に垂直に向けて配向している。この<111>方向とは、面心立方晶における磁化容易軸であると同時に、上記Co-Pt-B-O系針状晶の長軸方向でもある。したがって、本発明におけるCo-Pt-B-O系針状晶の配向は、結晶磁気異方性、形状磁気異方性の両面から垂直磁気記録を行うにあたり理想的な配向であると言える。

さらに、上記各針状晶は直径が50~100 Åであり、個々の針状晶は隣接する針状晶と互いに8~

を60mℓ/分とし、投入パワー 300Wにてポリアミド基板のエッチングを5分間行った。これは、表面の粗化とクリーニングを目的として行われるものである。

次に、基板温度を150℃としてPtを0.13μmの厚さに被着し、Pt下地膜を形成した。

続いて、Co<sub>0.1</sub>Pt<sub>0.9</sub>B<sub>0.1</sub>の組成を有する3元系ターゲットを使用し、基板温度を150℃、酸素分圧を89×10<sup>-6</sup>Torrとしてスパッタリングを行い、厚さ0.6μmのCo-Pt-B-O系磁性層を形成した。

ここで、上記の磁性層中の酸素含有量は次の方法により求めた。すなわち、予備実験によりスパッタリング雰囲気中の酸素分圧(×10<sup>-6</sup>Torr)もしくは酸素流量(SCCM)と形成されたCo-Pt-B-O系磁性層中の酸素含有量(重量%)との間には第5図に示すような良い相関関係が成立することが確認されたので、あとはこの図にもとづいて酸素供給条件から磁性層中の含有量を算出した。

12Åの間隙を介して配列されている。このような結晶の形状および配列状態は、大幅な保磁力の増大をもたらす。つまり、従来のたとえばCo-Cr磁性層では柱状晶が密に配列されていたのに対し、本発明では微細な針状晶が個々に隙間を保ちながら配列されていることから、単磁区が微小化されると共に減磁が抑制されるからである。

#### (実施例)

以下、本発明の好適な実施例について実験結果にもとづいて説明する。

#### 実施例

本実施例は、非磁性支持体となるポリアミド基板上にPt下地膜とCo-Pt-B-O系磁性層を順次形成した垂直磁気記録媒体の例である。

垂直磁気記録媒体は以下のようにして作成した。

まず、高周波マグネトロン・スパッタリング装置のバックグラウンド真空度を4.0×10<sup>-6</sup>Torr、アルゴンガス圧を5×10<sup>-3</sup>Torr、アルゴン流量

さらに電子線プローブ・マイクロアナリシス(BPMA)および誘導結合プラズマ(ICP)発光分析による組成分析を併用した結果、上記磁性層は、(Co<sub>0.1</sub>Pt<sub>0.9</sub>B<sub>0.1</sub>)<sub>0.9</sub>O<sub>0.1</sub>なる組成を有することがわかった。

#### 比較例1

比較のために、酸素を含まないCo-Pt-B系磁性層を有する垂直磁気記録媒体を作成した。

この垂直磁気記録媒体は、磁性層の形成に際してスパッタリング雰囲気中に酸素を供給しなかった以外は、上述の実施例1と同様にして作成した。形成された磁性層の組成はCo<sub>0.1</sub>Pt<sub>0.9</sub>B<sub>0.1</sub>で表されることがわかった。

#### 比較例2

比較のために、ホウ素(B)を含まないCo-Pt-O系磁性層を有する垂直磁気記録媒体を作成した。

この垂直磁気記録媒体は、磁性層の形成に際し

て $\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2}$ の組成を有するターゲットを使用  
した他は、上述の実施例1と同様にして作成した。  
形成された磁性層の組成は $(\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2})_{0.9}\text{O}_2$   
で変えられることがわかった。

### 比較例3

比較のために、ホウ素(B)および酸素を含ま  
ない $\text{Co}-\text{Pt}$ 系磁性層を有する垂直磁気記録媒  
体を作成した。

この垂直磁気記録媒体は、磁性層の形成に際し  
てスパッタリング雰囲気中に酸素を導入しなかつ  
た以外は、比較例2と同様にして作成した。形成  
された磁性層の組成は $\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2}$ であることが  
わかった。

以上の実施例および比較例において得られた各  
垂直磁気記録媒体の垂直方向保磁力 $H_{c1}$ 、面内  
方向保磁力 $H_{c2}$ 、面内異方性磁界 $H_K$ 、および飽  
和磁束密度 $B_s$ を試料振動型磁力計により測定し  
た。結果を第1表に示す。

この表をみると、実施例の垂直方向保磁力 $H_{c1}$   
は他のいかなる比較例よりも際立って大きいこと  
が明らかであり、ホウ素、酸素のいずれか一方が  
欠けても良好な垂直磁気特性は達成されないこと  
がわかる。特に、実施例と比較例1との間には垂  
直方向保磁力 $H_{c1}$ に50倍以上もの差があり、磁  
性層中の酸素の存在が極めて重要であることを示  
唆している。

垂直磁気特性を判断する尺度としては、面内異  
方性磁界 $H_K$ も役立つ。この値が大きいことは、  
それだけ面内磁化に強い磁界を要することを意味  
し、垂直磁化の方が有利であることを間接的に示  
す。面内異方性磁界 $H_K$ をみる限りでは比較例  
3も実施例と同様、良好な垂直磁気特性を示すよ  
うに思われるが、実際の垂直方向保磁力 $H_{c1}$ は  
わずかに190 Oeと低い。

このように、面内異方性磁界 $H_K$ が高いにも  
かかわらず垂直方向保磁力 $H_{c1}$ が低くなる場合  
が生ずる原因を解明するため、本発明者らは形成  
された各磁性層の微細構造を検討した。

第1表

実施例/ 比較例	磁性層の組成	$H_{c1}$ (Oe)	$H_{c2}$ (Oe)	$H_K$ (kOe)	$B_s$ (kG)
実施例	$(\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2}\text{B}_x)_{0.9}\text{O}_2$	2630	1060	18.8	12.6
比較例1	$\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2}\text{B}_x$	50	200	7.0	12.6
比較例2	$(\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2})_{0.9}\text{O}_2$	625	210	0	12.2
比較例3	$\text{Co}_{0.8}\text{Pt}_{0.2}$	190	310	22.5	12.2

まず、磁性層の膜面方向からの観察を行うため  
に、上述の実施例および各比較例にて得られた垂  
直磁気記録媒体のポリアミド基板を有機溶剤を用  
いて溶解除去し、アルゴンイオンによるイオンミ  
リングにより局部的に薄膜化させた試料片を作成  
した。

また、磁性層の断面方向からの観察を行うため  
に、超ミクロトーム法により上述の実施例および  
各比較例にて得られた垂直磁気記録媒体の薄膜切  
片を作成した。

これらの試料片および薄膜切片を透過型電子顕  
微鏡により観察した際の写真を第1図ないし第4  
図に示す。第1図は実施例、第2図は比較例1、  
第3図は比較例2、第4図は比較例3にそれぞれ  
対応しており、(A)の図は試料片を用いた膜面  
方向からの観察結果、(B)の図は薄膜切片を用  
いた断面方向からの観察結果をそれぞれ表す。倍  
率はいずれも52,500倍である。

さらに、 $\langle 111 \rangle$ 方向の配向の強さを調べる  
ために、制限視野電子線回折を行い、 $\langle 111 \rangle$

面回折弧の広がり角度 $\theta$ を測定した。

これらの結果を第2表にまとめる。

第2表

実施例／ 比較例	磁性層の 微細構造	結晶粒径また は直径(Å)	広がり角度 $\theta$ (°)
実施例	針状晶、間隔あり	50~100	~ 21
比較例1	多結晶、連続的	20~50	~ 18
比較例2	多結晶、連続的	10~100	~ 50
比較例3	多結晶、柱状	200~400	~ 15

実施例の磁性層では、直径50~100 Åの針状晶が $\langle 111 \rangle$ 方向をポリアミド基板に垂直に向けて配向しており、個々の針状晶の間には約10Åの間隙が存在している。 $\langle 111 \rangle$ 面回折弧の広がり角度 $\theta$ をみる限りでは、比較例1も高い配向性を示しているが、結晶粒径が小さすぎる上に連続的な多結晶構造を有しているもので、垂直方向よりも面内方向の磁気特性の方が卓越している。比較例2は磁性層の微細構造が比較例と同様である上

適な一実施例におけるCo-Pt-B-O系磁性層の微細構造を示す透過型電子顕微鏡写真であり、第1図(A)は膜面方向、第1図(B)は断面方向から観察した状態をそれぞれ表す。第2図(A)および第2図(B)は一比較例におけるCo-Pt-B系磁性層の微細構造を示す透過型電子顕微鏡写真であり、第2図(A)は膜面方向、第2図(B)は断面方向から観察した状態をそれぞれ表す。第3図(A)および第3図(B)は他の比較例におけるCo-Pt-O系磁性層の微細構造を示す透過型電子顕微鏡写真であり、第3図(A)は膜面方向、第3図(B)は断面方向から観察した状態をそれぞれ表す。第4図(A)および第4図(B)はさらに他の比較例におけるCo-Pt系磁性層の微細構造を示す透過型電子顕微鏡写真であり、第4図(A)は膜面方向、第4図(B)は断面方向から観察した状態をそれぞれ表す。第5図はスパッタリング雰囲気中の酸素分圧または酸素流量と磁性層中の酸素含有量との関係を示す特性図である。

## 特開平3-58316(6)

に、 $\langle 111 \rangle$ 方向の垂直配向も弱く、垂直磁気記録における実用性能には劣る。比較例3は高い配向性を有しているが、直径の比較的大きな柱状晶が間隙を介することなく密に配列しているため、単磁区の微小化に限度があり、保磁力は低い。

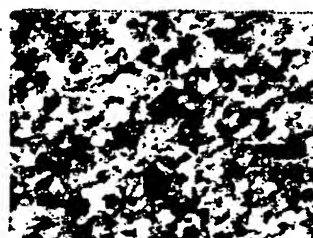
以上のことから、上述の実施例のように磁性層の組成や微細構造のすべてが最適化された場合にはじめて、実用性能に優れる垂直磁気記録媒体が実現されることがわかる。

### (発明の効果)

以上の説明からも明らかなように、本発明の垂直磁気記録媒体は磁性層の組成、結晶の形状、大きさ、配向状態、配列状態が最適に制御されているため、垂直方向保磁力の大幅な増大が可能となる。したがって、高密度記録に極めて好適な垂直磁気記録媒体が提供される。

### 4. 図面の簡単な説明

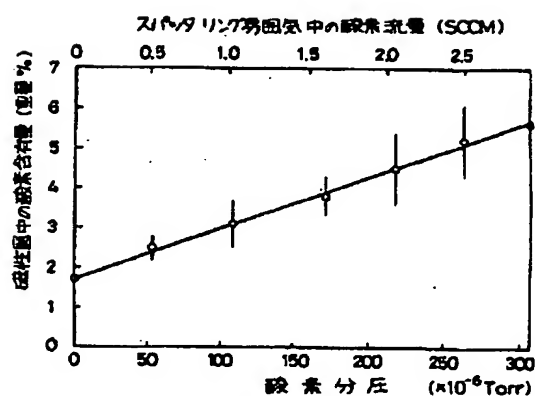
第1図(A)および第1図(B)は本発明の好



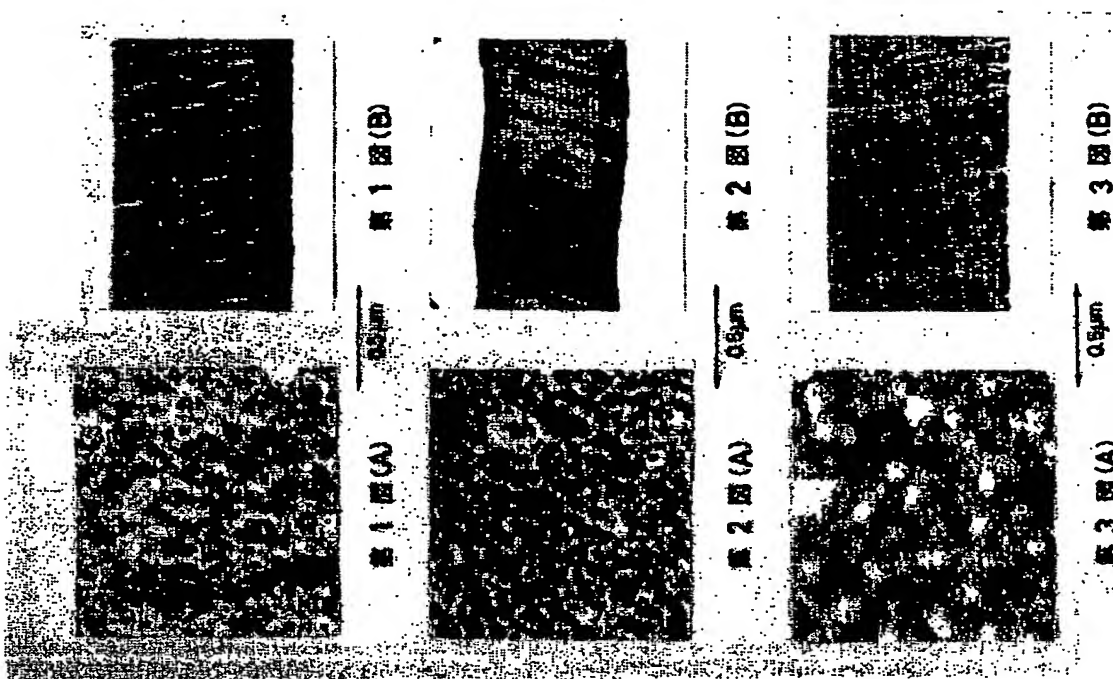
第4図(A)



第4図(B)



第5図



手続補正書 (方式)

平成1年12月22日

特許庁長官 吉田 文毅 殿

1. 事件の表示

平成1年 特許願 第193475号

2. 発明の名称 垂直磁気記録媒体

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都品川区北品川6丁目7番35号

名称 (218) ソニー株式会社

代表者 大賀典雄

4. 代理人

住所 〒105 東京都港区虎ノ門二丁目6番4号  
第11森ビル11階 TEL(508)8266 40

氏名 (6773) 弁理士 小池 晃

5. 補正命令の日付

平成1年11月13日 (発送日: 平成1年11月28日)

6. 補正の対象 明細書の「図面の簡単な説明」の欄

7. 補正の内容

(1) 明細書、第17頁第2行目、第6行目、第10

行目、および第15行目にそれぞれ「微細構造」

とある記載を「金属組織」と補正

月 日 年

特許

1.12.22  
特許

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**